

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re application of: James HUANG, et al.

Group Art Unit: Not Yet Assigned

Serial No.: Not Yet Assigned

Examiner: Not Yet Assigned

Filed: March 24, 2004

For: **ASYMMETRIC POROUS POLYTETRAFLUOROETHYLENE MEMBRANE FOR A FILTER**

**CLAIM FOR PRIORITY UNDER 35 U.S.C. 119**

Commissioner for Patents  
P.O. Box 1450  
Alexandria, VA 22313-1450

Date: March 24, 2004

Sir:

The benefit of the filing date of the following prior foreign application is hereby requested for the above-identified application, and the priority provided in 35 U.S.C. 119 is hereby claimed:

**Japanese Appln. No. 2003-99359, filed April 2, 2003**

In support of this claim, the requisite certified copy of said original foreign application is filed herewith.

It is requested that the file of this application be marked to indicate that the applicants have complied with the requirements of 35 U.S.C. 119 and that the Patent and Trademark Office kindly acknowledge receipt of said certified copy.

In the event that any fees are due in connection with this paper, please charge our Deposit Account No. 01-2340.

Respectfully submitted,

ARMSTRONG, KRATZ, QUINTOS,  
HANSON & BROOKS, LLP

*James D. Armstrong*  
Donald W. Hanson  
Attorney for Applicants  
Reg. No. 27,133

*Reg. No. 42,266  
for Mr. Hanson*

DWH/jaz  
Atty. Docket No. 040140  
Suite 1000  
1725 K Street, N.W.  
Washington, D.C. 20006  
(202) 659-2930



23850

PATENT TRADEMARK OFFICE

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日                      2 0 0 3 年    4 月    2 日  
Date of Application:

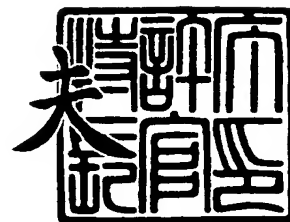
出 願 番 号                      特 願 2 0 0 3 - 0 9 9 3 5 9  
Application Number:  
[ST. 10/C]:                      [ J P 2 0 0 3 - 0 9 9 3 5 9 ]

出      願      人                      宇明泰化工股▲ふん▼有限公司  
Applicant(s):

2 0 0 4 年    1 月 1 6 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今 井 康 夫



出証番号    出証特 2 0 0 4 - 3 0 0 0 2 9 8

【書類名】 特許願

【整理番号】 JP-13912

【提出日】 平成15年 4月 2日

【あて先】 特許庁長官 太田 信一郎 殿

【国際特許分類】 B29D 7/01

【発明者】

    【住所又は居所】 台湾台中市向心南路 7 4 6 - 1 号 6 エフ

    【氏名】 黄 雅夫

【発明者】

    【住所又は居所】 台湾台中縣太平市興隆路 1 段 3 9 巷 3 1 号

    【氏名】 周 欽俊

【発明者】

    【住所又は居所】 台湾台北市光復南路 2 4 0 巷 2 8 号 5 エフ

    【氏名】 周 欽傑

【発明者】

    【住所又は居所】 台湾桃園縣楊梅市民族路 5 段 2 0 1 巷 9 2 号

    【氏名】 賴 君義

【発明者】

    【住所又は居所】 台湾桃園縣中▲れき▼市金鋒五街 2 2 巷 6 号 3 エフ

    【氏名】 李 魁然

【発明者】

    【住所又は居所】 台湾桃園縣楊梅市長青東街 1 1 0 号

    【氏名】 王 大銘

【発明者】

    【住所又は居所】 台湾台北市敦化南路 1 段 2 9 4 号 8 エフ之 5

    【氏名】 阮 若屈

【発明者】

    【住所又は居所】 台湾南投縣南投市南▲こう▼二路 4 2 5 巷 2 4 号

    【氏名】 吳 添財

## 【特許出願人】

【識別番号】 597001109

【氏名又は名称】 宇明泰化工股▲ふん▼有限公司

## 【代理人】

【識別番号】 100065226

## 【弁理士】

【氏名又は名称】 朝日奈 宗太

【電話番号】 06-6943-8922

## 【選任した代理人】

【識別番号】 100098257

## 【弁理士】

【氏名又は名称】 佐木 啓二

## 【選任した代理人】

【識別番号】 100117112

## 【弁理士】

【氏名又は名称】 秋山 文男

## 【選任した代理人】

【識別番号】 100117123

## 【弁理士】

【氏名又は名称】 田中 弘

## 【選任した代理人】

【識別番号】 100076923

## 【弁理士】

【氏名又は名称】 箕浦 繁夫

## 【手数料の表示】

【予納台帳番号】 001627

【納付金額】 21,000円

## 【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1  
【物件名】 要約書 1  
【物件名】 委任状 1  
【援用の表示】 平成 1 5 年 3 月 1 9 日提出の包括委任状  
【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 フィルター用非対称性多孔質ポリテトラフルオロエチレン膜

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 緻密性の高いスキン層、および連続気泡性の多孔質層からなり、

(1) スキン層表面の水に対する接触角が  $120 \sim 140^\circ$ 、

(2) 光の拡散反射率が  $91 \sim 94\%$ 、

であるフィルター用非対称性多孔質ポリテトラフルオロエチレン膜。

【請求項 2】 ニ軸延伸して得られる請求項 1 記載のフィルター用非対称性多孔質ポリテトラフルオロエチレン膜。

【請求項 3】 膜厚が  $5 \sim 100 \mu\text{m}$  である請求項 1 または 2 記載のフィルター用非対称性多孔質ポリテトラフルオロエチレン膜。

【請求項 4】 請求項 1、2 または 3 記載のフィルター用非対称性多孔質ポリテトラフルオロエチレン膜および補強材料からなるフィルター用材料であって、補強材料が合成樹脂または無機繊維であるフィルター用材料。

【請求項 5】 補強材料が、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリエステル、ポリアミドまたはガラス繊維である請求項 4 記載のフィルター用材料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、フィルター用非対称性多孔質ポリテトラフルオロエチレン膜に関する。また、フィルター用非対称性多孔質ポリテトラフルオロエチレン膜と補強材料からなるフィルター用材料に関する。

【0002】

【従来の技術】

多孔質ポリテトラフルオロエチレン膜（以下、多孔質 PTFE 膜という）は耐薬品性に優れ高い引張強度を有することから、化学品や食品、半導体などの分野においてその製造設備、配管などのシーリング、ガスケットなどの用途だけでなく、気体および液体濾過用のフィルター、衣料の通気・不透水用膜剤、医療用シ

ートなど広い用途に好適に利用されている。

### 【0003】

一般的には P T F E ファインパウダーとナフサなどの押出助剤との混合物である P T F E ペーストを押出し、圧延する。ついで圧延品から押出助剤を除去した後、一軸または二軸方向に延伸する。そして、延伸した多孔質 P T F E 膜の形状を保持するために 35℃ から P T F E の融点の間の温度でヒートセットするという多孔質 P T F E 膜の製造方法が開示されている（たとえば、特許文献 1、2、3 または 4 参照）。

### 【0004】

また、得られた多孔質 P T F E 膜をフィルターとして使用している文献も多数開示されているが、これらの多孔質 P T F E 膜は、通気性および捕集効率が充分ではないという問題がある（たとえば、特許文献 5、6 または 7 参照）。

### 【0005】

#### 【特許文献 1】

米国特許第 3, 953, 566 号明細書

#### 【特許文献 2】

米国特許第 3, 962, 153 号明細書

#### 【特許文献 3】

米国特許第 4, 096, 227 号明細書

#### 【特許文献 4】

米国特許第 4, 187, 390 号明細書

#### 【特許文献 5】

米国特許第 5, 234, 739 号明細書

#### 【特許文献 6】

米国特許第 5, 395, 429 号明細書

#### 【特許文献 7】

米国特許第 5, 409, 515 号明細書

### 【0006】

#### 【発明が解決しようとする課題】

本発明は、経時変化が少なく、耐水透過性、気体透過性、シール特性、電気特性など従来知られている多孔質 P T F E 成形品の諸特性を有し、さらに捕集効率の向上、通気性の向上、および圧力損失の改善したフィルター用非対称性多孔質 P T F E 膜形成材料を提供することを目的とする。

#### 【0007】

##### 【課題を解決するための手段】

従来知られている多孔質 P T F E 膜は、連続気泡を有しており、形成された孔は、孔径の分布が膜の表面および内部で均質的であり、また膜全体に均質的に形成されている（空孔率が膜内ではほぼ一定）、つまり対称性の多孔質である。

#### 【0008】

鋭意検討の結果、膜の一方の面が緻密な P T F E スキン層からなり、他方の面がより低密度の連続気泡性多孔質層で構成する非対称性多孔質 P T F E 膜とすることにより、多孔質 P T F E 膜の耐水性、通気性、および水蒸気透過性を向上できることを見出した。

#### 【0009】

すなわち、本発明は、緻密性の高いスキン層、および連続気泡性の多孔質層からなり、

(1) スキン層表面の水に対する接触角が  $120 \sim 140^\circ$ 、

(2) 光の拡散反射率が  $91 \sim 94\%$ 、

であるフィルター用非対称性多孔質ポリテトラフルオロエチレン膜に関する。

#### 【0010】

非対称性多孔質ポリテトラフルオロエチレン膜は、二軸延伸して得られることが好ましい。

#### 【0011】

フィルター用非対称性多孔質ポリテトラフルオロエチレン膜の膜厚が  $5 \sim 100 \mu\text{m}$  であることが好ましい。

#### 【0012】

フィルター用非対称性多孔質ポリテトラフルオロエチレン膜からなるフィルター用材料が、合成樹脂または無機繊維からなる補強材料を含むことが好ましい。



**【0013】**

補強材料が、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリエステル、ポリアミドまたはガラス繊維であることが好ましい。

**【0014】****【発明の実施の形態】**

本発明で使用する延伸多孔質 P T F E 膜は基本的に、以下に示す公知の 6 つの工程によって製造できる。

**【0015】****(1) P T F E ファインパウダーのペースト押出し工程**

乳化重合法で得られた P T F E ファインパウダーとナフサなどの押出助剤とのペースト状混合物を、押出機で押出し、円柱状、角柱状、シート状の押出物を得る。

**【0016】**

なお、P T F E ファインパウダーとは、乳化重合法でえられた重合体の水性分散液を凝析することにより、重合体を分離し、さらにこれを乾燥した粉末である。重合体の構成はテトラフルオロエチレン (T F E) 単独重合体、または T F E と少量 (通常 0.5 重量%以下) のパーフルオロアルキルビニルエーテルもしくはヘキサフルオロプロピレンとの共重合体 (変性 P T F E) である。

**【0017】**

この工程において、P T F E の配向を極力押さえることが、次の延伸工程を円滑に進めることができる点で好ましい。配向の抑制は、ペースト押出しにおけるリダクション比 (好ましい範囲は 300 : 1 以下、通常 20 : 1 ~ 150 : 1) 、P T F E / 押出助剤比 (通常 77 / 23 ~ 80 / 20) 、押出機のダイ角度 (通常 60° 前後) などの適切な選定により達成することができる。

**【0018】**

また、押出助剤としては、一般に潤滑性の高いミネラルオイル、例えばナフサが使用される。

**【0019】****(2) ペースト押出物の圧延工程**

(1) で得られたペースト押出物をカレンダーロールなどにより押出方向または押出方向に直交する方向に圧延し、シート状とする。

#### 【0020】

##### (3) 押出助剤の除去工程

(2) で得られた圧延物を加熱またはトリクロロエタン、トリクロロエチレンなどの溶剤を用いて抽出することにより押出助剤を除去する。

#### 【0021】

加熱温度は押出助剤によって適宜選択することができるが、200～300℃であることが好ましい。とくに250℃前後で加熱することが好ましい。300℃を超える温度、とくにPTFEの融点である327℃を超えると、焼成される傾向がある。

#### 【0022】

##### (4) 延伸工程

(3) で得られた押出助剤を含まない圧延物を延伸する。延伸方法は、一軸方向または二軸方向に延伸できるが、孔径の分布をより狭くし、また通気上好ましい多孔度を得るためには、二軸延伸することが好ましい。また、二軸延伸をするときは逐次二軸延伸でも同時二軸延伸でもよい。延伸前に約300℃前後に予熱してもよい。

#### 【0023】

延伸倍率は、膜の引張強度などに影響を与えるので慎重に選ぶべきである。延伸倍率は、300～2000%が好ましく、より好ましくは400～1500%である。延伸倍率がこの範囲をはずれると、目的とする孔径、空孔率を得られない傾向にある。

#### 【0024】

##### (5) ヒートセット工程

(4) で得られた延伸物をPTFEの融点(約327℃)よりも少し高く、分解温度よりも低い温度範囲である340～380℃で比較的短時間(5～15秒間)加熱処理してヒートセットすることが好ましい。340℃未満であると、ヒートセットが不十分となる傾向にあり、380℃を超えると、セット時間が短く

なり、時間のコントロールが難しくなる傾向がある。

#### 【0025】

##### (6) 非対称性多孔質 PTFE 膜の製造

本発明では、このようにして得られた延伸対称性多孔質 PTFE 膜の一方の面を冷却しながら、他方の面を加熱処理し、そののち冷却することによって、非対称性多孔質 PTFE 膜を製造する。製造のための設備とその方法の一例を図 1 に示すが、もちろんこれに限定されるものではない。

#### 【0026】

以下、本発明における製造方法について図 1 を用いて具体的に説明する。

#### 【0027】

工程 (5) でヒートセットされ、冷却された対称性多孔質 PTFE 膜は、対称性多孔質 PTFE 膜送出しロール 4 から送出され、加熱装置 2 と冷却用ブライン槽 1 の間を通過する。ここで、PTFE 膜の表面温度は、温度センサー 6 により測定され、温度読み取り部 7 で読み取られる。ついで、この温度に関するデータが加熱装置制御部 8 に送られ、これに基づいて加熱装置 2 から熱風出口 3 を通じて排出される熱風の温度が制御されている。また、冷却用ブライン槽 1 では、冷却用液体が循環しており、一定の温度を保持している。これらの間を通過した PTFE 膜は、非対称性多孔質 PTFE 膜巻取りロール 5 により、巻取られる。

#### 【0028】

このとき、加熱装置 2 による加熱処理温度は、好ましくは 260～380℃、340～360℃がより好ましい。加熱処理温度が、260℃未満であると、緻密層が十分に形成されない傾向にあり、380℃を超えると、非対称性 PTFE 膜製造の制御が困難となり、膜全体が緻密化される傾向にある。

#### 【0029】

一方の冷却用ブライン槽 1 による冷却処理温度は、0℃以下が好ましく、より好ましくは -10℃以下である。冷却処理温度が、0℃を超えると、非対称性膜製造の制御が困難となり、膜全体が緻密化し、通気性が低下する傾向がある。

#### 【0030】

上記加熱・冷却の処理時間は、好ましくは 5～15 秒間、さらに好ましくは 6

～10秒である。

#### 【0031】

上記条件で、ヒートセットされた対称性多孔質PTFE膜の一方の面を冷却することで連続気泡性の多孔質層を形成し、同時に他方の面を再び加熱処理することで、膜表面が変性され、緻密性の高いスキン層を形成する非対称性多孔質PTFE膜が得られる。

#### 【0032】

ここで、緻密性とは、熱処理によって一方の膜表面のみが変性され、多孔構造がより緻密化され、水の接触角および光の拡散反射率など元の対称性膜と異なる特性を示す層であり、連続気泡性とは、実質的に熱処理前の膜と同じ構造の多孔構造を有する層を示す。

#### 【0033】

また、0.1～0.2mLのn-プロピルアルコール含有率60%の水溶液を膜面に滴下した場合、非熱処理の多孔質層面では、前記水溶液が直ちに膜中に浸透し、白色の多孔質層面が透明に見えるようになる。一方、熱処理され、緻密化されたスキン層面では、前記水溶液が容易に浸透することはなく、滴下面膜は元の白色を留める。

#### 【0034】

本発明の非対称性多孔質PTFE膜スキン層に対する水の接触角は、120～140°であり、125～135°であることが好ましい。接触角が、120°未満では、熱処理面の緻密化が不十分であり、捕集効率が低下する傾向にあり、140°を超えると、緻密化が過度となり、通気性が低下する傾向にある。

#### 【0035】

対称性多孔質PTFE膜に対する水の接触角(110～118°)と比べると、かなり高い値を示している。これより、本発明の非対称性多孔質PTFE膜スキン層が、対称性多孔質PTFE膜と比較してより防水性に優れることがわかる。

#### 【0036】

ここで、対水接触角は、下記式により求められる。

$$\text{接触角} = 2 \tan^{-1} (h/r)$$

ただし、 $h$  = 球状の水滴の高さ、 $r$  = 球状の水滴の半径である。

#### 【0037】

また、本発明のフィルター用非対称性多孔質 PTFE 膜の、スキン層の光拡散反射率は、91～94%である。光拡散反射率は、変性層を示す指標であり、91%未満であることは、緻密化の不十分を示すものであり、94%を超えると緻密化が過度であることを示す。対称性多孔質 PTFE 膜の光拡散反射率（90～91%）と比べると、反射率が高いことがわかる。

#### 【0038】

SEMによる観察をしたところ、多孔構造は、従来の対称性多孔質 PTFE 膜全体がほぼ均一な多孔構造を形成しているのに対して、本発明の非対称性多孔質 PTFE 膜は、スキン層が緻密な層として形成され、多孔質層は従来の対称性多孔質 PTFE 膜と同等の多孔構造を有していた。また、膜全体の空孔率は30～95%であることが好ましく、50～90%であることがより好ましい。空孔率が30%未満であると圧力損失が増加する傾向にあり、95%を超えると捕集効率が低下する傾向にある。

#### 【0039】

ここで、前記空孔率は、密度の測定から下記の式により求められる。

$$\text{空孔率 (\%)} = (1 - \text{PTFE 見掛密度} / \text{PTFE 真密度}) \times 100$$

ただし、PTFE 見掛密度 ( $\text{g/cc}$ ) = 多孔質 PTFE 膜の重量 ( $W$ ) / 容積 ( $V$ )、真密度 ( $\text{g/cc}$ ) = 2.15 (文献値) とする。

#### 【0040】

本発明の非対称性多孔質 PTFE 膜の多孔質層の最大孔径は、0.03～2  $\mu\text{m}$  であることが好ましく、0.05～1  $\mu\text{m}$  であることがより好ましい。最大孔径が0.03  $\mu\text{m}$  未満であると、圧力損失が増加する傾向にあり、2  $\mu\text{m}$  を超えると、捕集効率が低下する傾向にある。

#### 【0041】

ここで、最大孔径は下記により求められる。

#### 【0042】

まず、対称性多孔質 P T F E 膜と、これを熱処理することにより得られた非対称性 P T F E 膜について、S E M による画像 (× 20, 000 倍) から熱処理前後において多孔質層の孔径、構造などに変化がないことを確認する。この熱処理後において、多孔質層の孔径、構造などは変化せず、スキン層のみが変性する点が本発明の特徴の 1 つである。

#### 【0043】

次に、対称性多孔質 P T F E 膜の最大孔径を P o r o s i m e t e r により測定し、この値を非対称性多孔質 P T F E 膜の最大孔径として代替する。

#### 【0044】

孔度測定器 (P o r o u s M a t e r i a l s, I n c. 社製 P o r o s i m e t e r P M I - 1500) の試料室に膜サンプルをとりつけ、a u t o m a t i c m o d e で測定を始める。測定が始まると試料室内の膜の一面に気体 (窒素ガス) が導入される。気体の導入速度は自動的にコントロールされる。

#### 【0045】

導入気体の圧力が低い間は、試料膜がバリヤーとなり、室内の圧力は連続的に徐々に高くなる。圧力が高くなり試料膜のバリヤー性が失われると気体の透過が始まり、試料室の昇圧が停止するのでその圧力を測定する。

#### 【0046】

上記圧力の測定を乾燥された膜と P o r e w i c k 液で湿潤化させた膜とについて測定し、それぞれの圧力  $P_1$ 、 $P_2$  を求める。

#### 【0047】

なお、P o r e w i c k 液は、P o r o u s M a t e r i a l s, I n c. 社製の表面張力  $16 \text{ dyn/cm}$  に調整された標準液の商品名である。

#### 【0048】

最大孔径の算出は、次式による。

$$d = C \cdot (\tau / \Delta P)$$

ただし、 $d$  = 最大孔径 ( $\mu\text{m}$ )、 $C = 0.415$ 、 $\tau$  = 湿潤液の表面張力 ( $\text{dyn/cm}$ )、 $\Delta P = P_2 - P_1$  ( $\text{psi}$ )、である。

#### 【0049】

本発明のフィルター用非対称性多孔質 P T F E 膜の膜厚は、 $5 \sim 100 \mu\text{m}$ であることが好ましく、より好ましくは  $10 \sim 70 \mu\text{m}$  である。膜厚が  $5 \mu\text{m}$  未満であると、捕集効率が低下する傾向にあり、 $100 \mu\text{m}$  を超えると通気性が低下する傾向にある。また、スキン層の厚さは、膜厚全体の  $0.04 \sim 40\%$  であることが好ましく、より好ましくは、 $0.1 \sim 30\%$  である。スキン層の厚さが膜厚全体の  $0.04\%$  未満であると捕集効率が低下する傾向にあり、 $40\%$  を超えると圧力損失が増加する傾向にある。

#### 【0050】

次に本発明のフィルター用非対称性多孔質 P T F E 膜を使ったフィルター用材料について説明する。

#### 【0051】

本発明のフィルター用非対称性多孔質 P T F E 膜の片面または両面を、通気性の高いメッシュ、織布、不織布などで補強してフィルター用材料とすることが、長期間フィルターとしての機能を維持できる点で好ましい。

#### 【0052】

補強材料は、接着剤を使用して部分的に接合する方法や、ニードルパンチング、単なる重ね合わせによるフィルター枠への取り付けなど、種々の方法で複合化することができる。

#### 【0053】

補強材料としては、強度が高く、比較的化学的に不活性な材料として合成樹脂、または無機繊維の通気性織布、不織布、メッシュなどが使用できる。合成樹脂としては、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリエステル、ポリアミドなどがあげられ、無機繊維としては、ガラス繊維、カーボン繊維などがあげられる。

#### 【0054】

本発明のフィルター用非対称性多孔質 P T F E 膜は、圧力損失を伴うことなく、空気中の微粒子の捕集効率を大幅に高くすることができ、さらに、対称性多孔質 P T F E 膜と比較して、空孔率がほぼ同等であるにもかかわらず、気体および液体の透過速度を  $2 \sim 4$  倍に高めることができ、引張強度を  $20 \sim 60\%$  高くすることができる。

## 【0055】

## 【実施例】

本発明を実施例に基づき詳細に説明するが、本発明はかかる実施例に限定されるものではない。

## 【0056】

## &lt;孔径&gt;

SEM（日立製作所（株）製、MODEL S570）により測定した。

## 【0057】

## &lt;空孔率&gt;

多孔質PTFE膜の重量（W）と容積（V）を測定し、次式により求めた。

$$\text{空孔率}(\%) = (1 - \text{PTFE見掛密度} / \text{PTFE真密度}) \times 100$$

（ただし、PTFE見掛密度（g/cc）= W/V、真密度（g/cc）= 2.15（文献値）とした。）

## 【0058】

## &lt;最大孔径&gt;

孔度測定器（Porous Materials, Inc. 社製Porosimeter PMI-1500）のautomatic modeで測定した。

## 【0059】

乾燥された膜とPorewick液（Porous Materials, Inc. 社製）で湿潤化させた膜とについて測定し、それぞれの圧力 $P_1$ 、 $P_2$ を測定し、次式により最大孔径を求めた。

$$d = C \cdot (\tau / \Delta P)$$

ただし、 $d$  = 最大孔径（ $\mu\text{m}$ ）、 $C = 0.415$ 、 $\tau$  = 湿潤液の表面張力（ $\text{dyn/cm}$ ）、 $\Delta P = P_2 - P_1$ （psi）、である。

## 【0060】

## &lt;対水接触角&gt;

協和界面化学（株）製、接触角測定器CA-Dを用い、次式により求めた。

$$\text{接触角} = 2 \tan^{-1} (h / r)$$

（ただし、 $h$  = 球状の水滴の高さ、 $r$  = 球状の水滴の半径）



## 【0061】

## &lt;結晶融解熱&gt;

Perkin-Elmer社製示差熱分析計DSC-7を用い、60cm<sup>3</sup>/分のチッ素気流中、20℃/分の昇温速度で測定した。融解熱が高いほどPTFEの結晶化度が高いことを示す。

## 【0062】

## &lt;光拡散反射率&gt;

測定器Mini Scan XE Plus (The Color Management Company社製)を使用して、ASTM E308 (波長400~700nm)に基づき測定した。

## 【0063】

## &lt;膜引張強度&gt;

ASTM D-1456に基づき測定した。

## 【0064】

## &lt;膜破断伸度&gt;

ASTM D-1456に基づき測定した。

## 【0065】

## &lt;圧力損失&gt;

TSI社製MODEL 8130に、エアー流量35.9L/分、差圧150mmH<sub>2</sub>Oで測定した。

## 【0066】

## &lt;IPA フローレート&gt;

ASTM F-317に基づき測定した。

## 【0067】

## &lt;フレイジャーエアーフロー&gt;

ASTM D-726-58に基づく測定を行なった。

## 【0068】

## &lt;捕集効率&gt;

フィルターホルダーMODEL 8130 (TSI社製)に多孔質PTFE膜を

セットし、圧力調整により出口側の空気流量を  $35.9 \text{ L/min}$  に調整し、粒子径  $0.3 \mu\text{m}$  のコロイド粒子を含む空気の濾過を行ない、粒子計測器により透過粒子数を測定後、次式により捕集効率を算出した。

捕集効率 (%) =  $[1 - (\text{下流側の透過粒子濃度}) / (\text{上流側の空気中の粒子濃度})] \times 100$

【0069】

実施例 1～3

乳化重合法で製造した PTFE ファインパウダー 80 重量部とナフサ 20 重量部とのペースト状混合物を、押出機を用いてリダクション比 = 80 : 1 で押出し、直径 18 mm のロッド状の押出物をえた。このロッド状押出物を押出方向と同じ方向に直径 500 mm のカレンダーロールで圧延し、幅 260 mm、厚さ 0.2 mm のシート状圧延物を得た。このシートをオーブン中で  $260^\circ\text{C}$  に加熱し、ナフサを除去した。ついで、シートを  $300^\circ\text{C}$  に予熱したのち、圧延方向に延伸倍率 500 %、これと直交する方向に 300 % の倍率で同時二軸延伸を行なった。この延伸状態を保ったまま、 $340^\circ\text{C}$  で 15 秒間加熱してヒートセットした。その後、室温にまで冷却して得られた対称性多孔質 PTFE 膜の厚さは  $20 \sim 25 \mu\text{m}$ 、最大孔径  $0.5 \mu\text{m}$ 、空孔率 90 % であった。

【0070】

続いて、図 1 に示す熱処理装置により、冷却用ブライン槽 1 の温度を  $-10^\circ\text{C}$  に保持し、加熱装置 2 から熱風出口 3 を通じて排出される熱風の温度をそれぞれ  $260^\circ\text{C}$ 、 $300^\circ\text{C}$ 、および  $340^\circ\text{C}$ 、熱風出口ゾーンのフィルム通過時間を 7 秒間に調整し、前記 PTFE 膜の一方の面のみを熱処理して、非対称性多孔質 PTFE 膜を得た。評価結果を表 1 に示す。

【0071】

比較例 1

実施例 1 で得られた対称性多孔質 PTFE 膜を使用した。評価結果を表 1 に示す。

【0072】

【表 1】

表 1

	実施例 1	実施例 2	実施例 3	比較例 1
熱処理温度 (°C)	260	300	340	—
膜厚 (μm)	20	23	25	25
空孔率 (%)	85.8	89.8	90.9	89.7
孔径 (μm)	0.09～ 0.17	0.08～ 0.15	0.09～ 0.19	0.10～ 0.19
対水接触角 (°)	128	129	131	117
光反射率 (%)	92.4	92.6	93.8	90.8
膜引張強度 (MPa)	5.96	7.3	8.5	5.07
膜破断伸度 (%)	109	134	107	166
フレイジャー エア フロー ( $\times 10^4 \text{ft}^3 / \text{min} \cdot \text{ft}^2$ )	14.7	30.1	33.6	8.7
IPA フロー レート ( $\text{ml} / \text{min} \cdot \text{cm}^2$ )	5.1	11.8	10.8	2.6
圧力損失 (mmH <sub>2</sub> O)	150.7	150.7	150.8	150.7
捕集効率 (%)	99.8	99.9	99.8	71.6

【0073】

## 【発明の効果】

本発明は、フィルター用非対称性多孔質 PTFE 膜に関する。また、フィルター用非対称性多孔質 PTFE 膜と補強材料からなるフィルター用材料に関する。

## 【図面の簡単な説明】

## 【図 1】

熱処理装置の一例を示す概要図である。

## 【図 2】

片面に加熱処理 (340°C、10s) を施した非対称性多孔質 PTFE 膜の断面の SEM 画像 ( $\times 3000$  倍) である。緻密層 (加熱面) は、上部白色部分である。

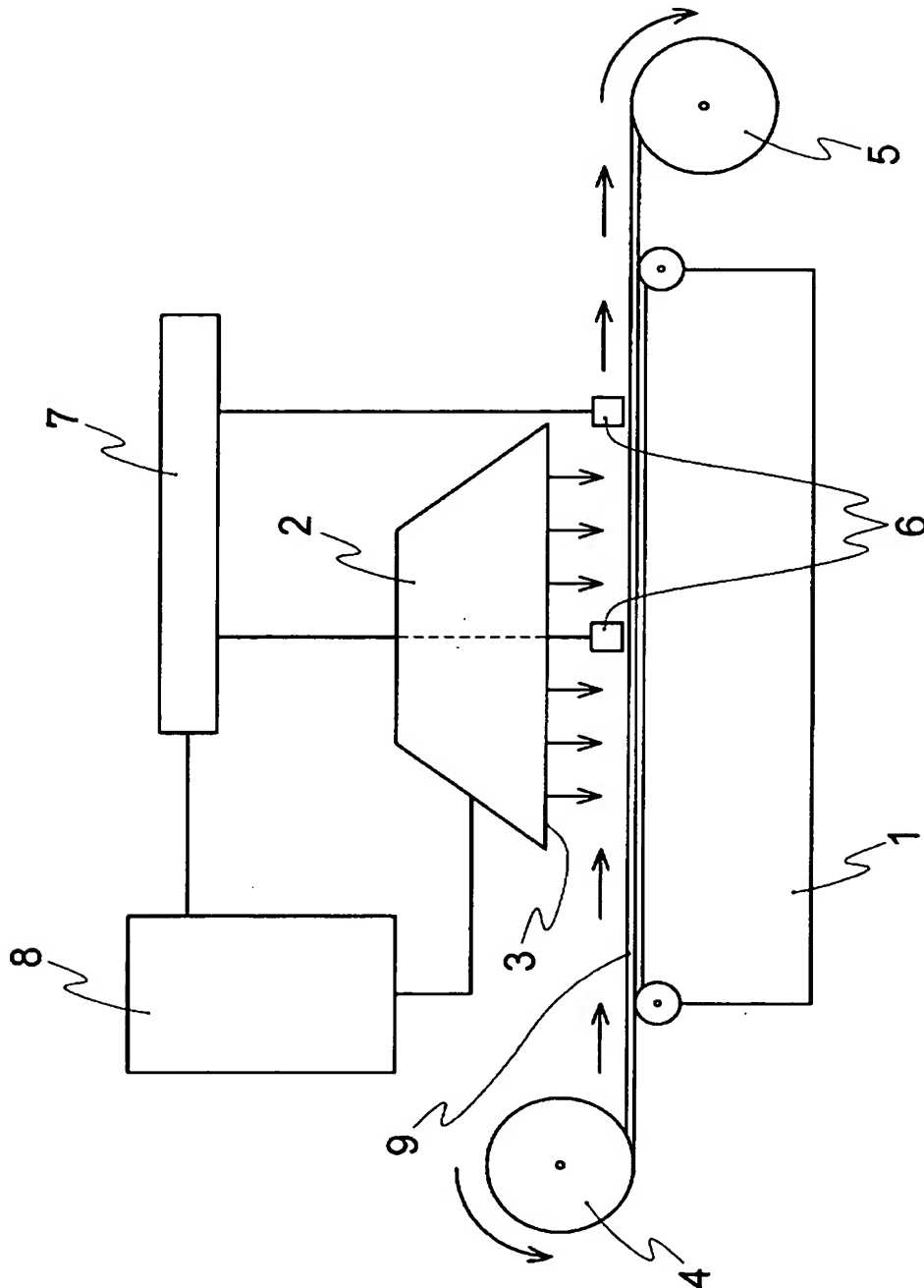
## 【符号の説明】

- 1 冷却用ブライン槽
- 2 加熱装置
- 3 熱風出口
- 4 対称性多孔質 P T F E 膜送出しロール
- 5 非対称性多孔質 P T F E 膜巻取りロール
- 6 温度センサー
- 7 温度読み取り部
- 8 加熱装置制御部
- 9 P T F E 膜
- 10 スキン層（加熱面）
- 11 多孔質層（非加熱面）
- 12 多孔質断面

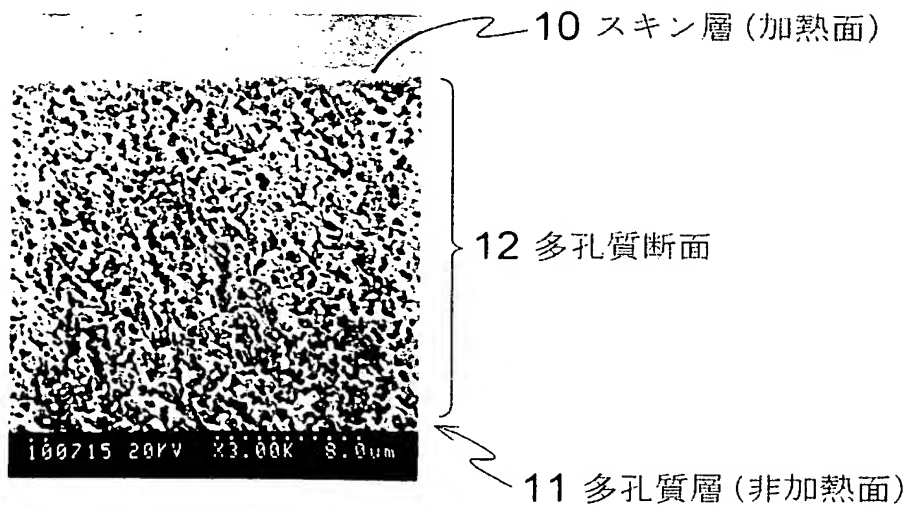
【書類名】

図面

【図 1】



【図 2】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 本発明は、経時変化が少なく、耐水透過性、気体透過性、シール特性、電気特性など従来知られている多孔質 P T F E 成形品の諸特性を有し、さらに捕集効率の向上、通気性の向上、および圧力損失を改善したフィルター用非対称性多孔質 P T F E 膜を提供する。

【解決手段】 緻密性の高いスキン層、および連続気泡性の多孔質層からなり、

(1) スキン層表面の水に対する接触角が  $120 \sim 140^\circ$ 、

(2) 光の拡散反射率が  $91 \sim 94\%$ 、

であるフィルター用非対称性多孔質ポリテトラフルオロエチレン膜である。

【選択図】 なし

## 職権訂正履歴 (職権訂正)

特許出願の番号	特願 2003-099359
受付番号	50300551259
書類名	特許願
担当官	小菅 博 2143
作成日	平成 15 年 4 月 7 日

## &lt;訂正内容 1&gt;

訂正ドキュメント

書誌

訂正原因

職権による訂正

訂正メモ

【発明者】 の欄を訂正します。

訂正前内容

【発明者】

【住所又は居所】 中華民国台湾省台中市向心南路 746-1 号 6 エフ

【氏名】 黄 雅夫

【発明者】

【住所又は居所】 中華民国台湾省台中縣太平市興隆路 1 段 39 巷 31 号

【氏名】 周 欽俊

【発明者】

【住所又は居所】 中華民国台湾省台北市光復南路 240 巷 28 号 5 エフ

【氏名】 周 欽傑

【発明者】

【住所又は居所】 中華民国台湾省桃園縣楊梅市民族路 5 段 201 巷 92 号

【氏名】 賴 君義

【発明者】

【住所又は居所】 中華民国台湾省桃園縣中▲れき▼市金鋒五街 22 巷 6 号  
3 エフ

【氏名】 李 魁然

【発明者】

【住所又は居所】 中華民国台湾省桃園縣楊梅市長青東街 110 号

【氏名】 王 大銘

【発明者】

次頁有



## 職権訂正履歴 (職権訂正) (続き)

【住所又は居所】 中華民國台湾省台北市敦化南路 1 段 2 9 4 号 8 エフ之  
5  
【氏名】 阮 若屈  
【発明者】  
【住所又は  
訂正後内容  
【発明者】  
【住所又は居所】 台湾台中市向心南路 7 4 6 - 1 号 6 エフ  
【氏名】 黄 雅夫  
【発明者】  
【住所又は居所】 台湾台中縣太平市興隆路 1 段 3 9 巷 3 1 号  
【氏名】 周 欽俊  
【発明者】  
【住所又は居所】 台湾台北市光復南路 2 4 0 巷 2 8 号 5 エフ  
【氏名】 周 欽傑  
【発明者】  
【住所又は居所】 台湾桃園縣楊梅市民族路 5 段 2 0 1 巷 9 2 号  
【氏名】 賴 君義  
【発明者】  
【住所又は居所】 台湾桃園縣中▲れき▼市金鋒五街 2 2 巷 6 号  
3 エフ  
【氏名】 李 魁然  
【発明者】  
【住所又は居所】 台湾桃園縣楊梅市長青東街 1 1 0 号  
【氏名】 王 大銘  
【発明者】  
【住所又は居所】 台湾台北市敦化南路 1 段 2 9 4 号 8 エフ之  
5  
【氏名】 阮 若屈  
【発明者】  
【住所又は居所】 台湾南投縣南投市南▲こう▼二路 4 2 5 巷 2

次頁無

特願 2 0 0 3 - 0 9 9 3 5 9

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 5 9 7 0 0 1 1 0 9 ]

1. 変更年月日

1 9 9 6 年 1 2 月 2 7 日

[変更理由]

新規登録

住 所

台湾台中市台中工業区 3 4 路 1 1 号

氏 名

宇明泰化工股▲ふん▼有限公司